

ANSWER 1 CA COPYRIGHT 1999 ACS

BEST AVAILABLE COPY

AN 116:91163 CA

TI Solid-type water-in-oil emulsion cosmetics containing silicone oils,  
waxes, and spherical powders

IN Takada, Susumu; Yoneyama, Toshio; Aizawa, Masanori; Sugita, Tsuneyo

PA Shiseido Co., Ltd., Japan

SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 6 pp.

CODEN: JKXXAF

DT Patent

LA Japanese

IC ICM A61K007-02

CC 62-4 (Essential Oils and Cosmetics)

FAN.CNT 1

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
-----	-----	-----	-----	-----

PI JP 03261707 A2 19911121 JP 1990-59119 19900309

AB Solid-type water-in-oil emulsion cosmetics contain silicone oils, solid waxes, H<sub>2</sub>O, and 2-25 wt.% spherical powders. The cosmetics are stable, well spread on the skin, and give fresh feeling to the skin. A foundation consisted of decamethylcyclopentasiloxane 16, di-Me polysiloxane 10, polyoxyalkylene-modified organopolysiloxane 5, paraffin wax 10, silicone-treated talc 16, silicone-treated spherical silica powder 5, Ca stearate-treated Zn flower 3, silicone-treated TiO<sub>2</sub> 10, silicone-treated yellow iron oxide 3, silicone-treated red iron oxide 1, silicone-treated black iron oxide 0.1, H<sub>2</sub>O 20, glycerin 5 wt.%, antiseptics, and fragrances.

ST silicone wax solid emulsion cosmetic

IT Ceresin

Waxes and Waxy substances

Paraffin waxes and Hydrocarbon waxes, biological studies

RL: BIOL (Biological study)

(solid emulsion cosmetics contg. silicone oils and spherical powders and)

IT Siloxanes and Silicones, biological studies

RL: BIOL (Biological study)

(solid emulsion cosmetics contg. solid waxes and spherical powders and)

IT Polyamide fibers, biological studies

RL: BIOL (Biological study)

(spherical powders from, solid emulsion cosmetics contg. silicone oils and solid waxes and)

IT Cosmetics

(emulsions, solid, contg. silicone oils and solid waxes and spherical powders)

IT 7631-86-9, Silica, miscellaneous 13463-67-7, Titanium oxide,

miscellaneous

RL: MSC (Miscellaneous)

(silicone-treated, solid emulsion cosmetics contg. silicone oils and solid waxes and)

IT 107-46-0, Hexamethyldisiloxane 107-50-6, Tetradecamethylcycloheptasiloxane 541-02-6, Decamethylcyclopentasiloxane 556-67-2, Octamethylcyclotetrasiloxane

RL: BIOL (Biological study)

(solid emulsion cosmetics contg. solid waxes and spherical powders and)

IT 9004-34-6, Cellulose, biological studies

RL: BIOL (Biological study)

(spherical powders, solid emulsion cosmetics contg. silicone oils and solid waxes and)

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-261707

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

A 61 K 7/02

識別記号

L

庁内整理番号

9051-4C

⑭ 公開 平成3年(1991)11月21日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 固型状油中水型乳化化粧品

⑯ 特 願 平2-59119

⑰ 出 願 平2(1990)3月9日

⑱ 発 明 者 高 田 晋 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内  
⑱ 発 明 者 米 山 俊 夫 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内  
⑱ 発 明 者 相 沢 正 典 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内  
⑱ 発 明 者 杉 田 恒 代 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内  
⑲ 出 願 人 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号

## 明 細 書

### 1. 発明の名称

固型状油中水型乳化化粧品

### 2. 特許請求の範囲

1. シリコン油と、固型ワックスと、水を含  
有し、化粧品全量に対し球状粉末を2～25重  
量%配合することを特徴とする固型状油中水型乳  
化化粧品。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 〔産業上の利用分野〕

本発明はシリコン油と固型ワックスと水と球  
状粉末を必須に含有して成る固型状油中水型乳  
化化粧品に関し、詳しくは、安定性が良好で固型  
状でありながら肌に塗布したときになめらかな  
のびと清涼感及び仕上がり後のさっぱりさを有  
するという新規な使用感の固型状油中水型乳  
化化粧品に関する。

#### 〔従来技術〕

近年、安定性の良好な固型状油中水型乳  
化化粧品

料が市場に出されてきている。

特に、このタイプは固型状でありながら乳  
化タイプの特長であるトリートメント性が付  
与される為、肌への効果は高く、又水が配  
合されている為「清涼感・水々しさが」感  
じられるなど新規な使用感を有するものでは  
あるが「塗布中のズルズルしたのび・スジ  
ムラ」「仕上がった後のべたつき」などの  
欠点で劣るものである。

#### 〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明者らはこのような事情にかんがみ、  
シリコン油を用いた乳化系において安定性  
が良好で、使用感にすぐれた固型状の化粧  
料を得ることを目的に鋭意研究の結果、シ  
リコン油と固型ワックスと水と球状粉末  
からなる固型状油中水型乳化化粧品が、  
肌に塗布したときに、「塗布中のズルズ  
ルしたのび」が改良され、肌に密着した  
「なめらかなのび」となり、仕上がった  
後は「べたつき・油っぽさ」が改良され  
非常に「さっぱり」した使用感を得られ  
ることを見出し、本発明を完成するに至  
った。

## 〔問題点を解決するための手段〕

すなわち、本発明はシリコーン油と、固型ワックスと水を有し、化粧料全量に対し球状粉末量が2重量%以上であることを特徴とする固型状油中水型乳化化粧料を提供するものである。

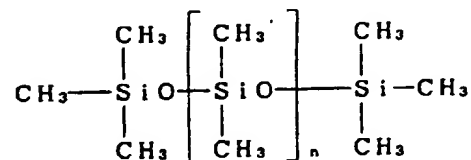
以下に本発明の構成について述べる。

本発明で述べる固型状油中水型乳化化粧料は通常化粧料として使用する温度範囲(0℃~50℃)で流動性がなく固化しているもの(ペースト状を含む)を示す。

本発明に用いるシリコーン油は通常化粧料に用いられるものでジメチルポリシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、ジエチルポリシロキサン等のジアルキルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等のアルキルアールポリシロキサン、ジアールポリシロキサン、脂肪酸変性ポリシロキサン、高級アルコール変性ポリシロキサン、アミノ変性ポリシロキサン、およびポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが用い

られる。シリコーン油の配合量は他の油相成分と関係するが油相中の30~97重量%で全化粧料中の5~85重量%が好ましい。特に、使用感でさっぱりしたものを求めるのであれば下記構造式(1)、(2)で示される揮発性シリコーン油を用いることが好ましく、その配合量は油相中の30~97重量%で任意の比率で配合できる。

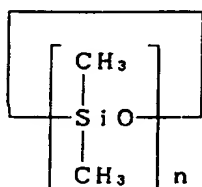
## 式(1)



(式中、nは0~3の整数を表す。)

具体例を挙げれば、ヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、ヘキサデカメチルヘプタシロキサンなどである。

## 式(2)



(式中、nは3~7の整数を表す。)

具体例を挙げれば、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、テトラデカメチルシクロヘプタシロキサンなどである。

本発明で用いられる固型ワックスは通常化粧料で用いられるものでよくパラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス等の石油ワックス、オゾケライト、セレスイン等の鉱物系ワックス、カルナバロウ、キャンデリラロウ等の天然ワックスの一種または二種以上の混合物で混合ワックスの融点が50℃以上のものが例示できるが、特に直

鎖状およびまたは分岐状の炭化水素の混合物で直鎖状炭化水素の炭素数の25~52のものを主成分として含有するものが好ましい。用いられるワックスの種類は、使用する油分の種類に応じて選択されるが、カルナバロウ、キャンデリラロウ等のワックスエステル類は単独使用では良好なものを得にくく、直鎖状およびまたは分岐状炭化水素系ワックスと混合することが好ましい。また、一般に市販されている炭化水素系固型ワックスは混合物で得られるため、炭素数に分布があり、またイソパラフィンやナフテンを含有しているが、その場合でも主成分が炭素数25~52のものであればよい。固型ワックスの配合量は必要とする硬度により調整することができるが、油相成分：固型ワックスの比が20：1~3：1が好ましく全化粧料中の2~20重量%が好ましい。

本発明で配合される球状粉末は特に限定するものではなく、無機粉末、有機粉末、セルロース系粉末等形状が球状であれば任意の球状粉末が使用される。

無機粉末としては、例えばシルカ、アルミナ、二酸化チタン、マグネシア、炭酸カルシウム、ジルコニア等、有機粉末としては、例えばナイロン、ポリエチレン、ポリスチレン、テフロン、ポリメチルメタアクリレート、ポリエステル等が挙げられる。

粒度は特に限定するものではないが、好ましくは $2\sim 20\mu m$ が良く、これより小さいと粉っぽい仕上りに、これ以上大きいと使用時にザラツキを感じ好ましくない。

また、本発明で配合される球状粉末の配合量は全化粧料中の2重量%以上を必要とし、これ~~以下~~<sup>未満</sup>であるとなめらかなのびが期待できない。25重量%~~以上~~<sup>を超えて</sup>配合するとズルズルとしたのびで密着した仕上りが得られない。好ましくは4~20重量%である。

本発明で用いられる乳化剤は通常に用いられるものでよく、例えばソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、グリセリン又はポリグリセリン脂肪酸エステ

ル、ポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレン脂肪酸エステル、多価アルコール脂肪酸エステルポリオキシアルキレンエーテル等が挙げられ、1種又は2種以上の組合せで、配合量は全化粧料中の0.2~10重量%が好ましい。

本発明で配合される水の量は全化粧料中の3重量%以上を必要とし、これ~~以下~~<sup>未満</sup>であると使用時に清涼感が期待できない。特に使用時に非常に大きな清涼感を求めるためには10重量%以上配合することが好ましい。また、本発明ではシリコン油と固型ワックスと水と球状粉末の必須成分の他にその他に顔料の粉末を配合することができる。この場合に用いられる顔料粉末は通常化粧料で用いられるものであれば特に限定されず、無機顔料、有機顔料、金属顔料等任意の顔料の粉末を配合することができ、無機顔料としては、例えばタルク、カオリン、炭酸カルシウム、亜鉛華、二酸化チタン、赤酸化鉄、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、チタンコーティッドマイカ、オキシ塩化ビス

マス、ベンガラ、粘結顔料、グンジョウピンク、水酸化クロム、雲母チタン、黄酸化鉄、酸化クロム、酸化アルミニウムコバルト、紺青、黒酸化鉄、カーボンブラック、無水ケイ酸、ケイ酸マグネシウム、ベントナイト、マイカ、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化チタン、軽質炭酸カルシウム、重質炭酸カルシウム、軽質炭酸マグネシウム、重質炭酸マグネシウム、カラミン等が挙げられる。

ここで前記の球状粉末および顔料の粉末は、疎水化処理を施されたものが特に好ましい。疎水化処理の方法としては高粘度シリコンによって表面を処理したもの、アルキルハイドロジェンポリシロキサンを反応させたシリコン樹脂で表面をコーティングしたもの、さらにこれをアルケン処理したもの、カチオン活性剤、アニオン活性剤、ノニオン活性剤の一種または二種以上で処理したもの、ワックスで表面を被覆したもの等が例示できるが、表面が疎水性になっていればよく特に限定されるものではない。また、顔料粉末の配合

量は全化粧料中の65重量%以下が好ましい。

また本発明の固型状油中水型乳化化粧料には本発明の効果を損なわない範囲で通常化粧料に用いられる成分を配合することができる。例えば水相成分として多価アルコール、ムコ多糖類（ヒアルロン酸ナトリウム等）、有機酸および有機塩類（アミノ酸、アミノ酸塩、オキシ酸塩）等の保湿剤、エタノール等のアルコール類、油相成分としてワセリン、ラノリン、シリコンワックス、シリコン樹脂、シリコンガム、高級脂肪酸、高級アルコール等の固型、半固型油分、スクワラン、流動パラフィン、エステル油、トリグリセライド、揮発性炭化水素油、フルオロカーボン等の流動油分、カチオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、非イオン性界面活性剤等の界面活性剤、ビタミンE、ビタミンEアセテート等の薬剤、収れん剤、酸化防止剤、防腐剤、香料、第2リン酸ナトリウム等のpH調整剤、粘土鉱物、増粘剤、紫外線吸収剤等は、本発明の乳化組成物に配合可能である。上記の配合可能成分のうち多価アルコー

ル、ムコ多糖類（ヒアルロン酸ナトリウム等）、有機酸および有機塩類（アミノ酸、アミノ酸塩、オキシ酸塩）等の保湿効果の認められる成分を発明の効果をもこなわない範囲で配合することは水の揮発を抑制するため好ましい。

#### 〔発明の効果〕及び〔実施例〕

本発明の固型状油中水型乳化化粧料は揮発性シリコーン油と固型ワックスを含有する油相を外相とし、乳化剤を用いて水を乳化し、更に球状粉末を配合することによって、流動性のない固型状であって、水の揮発が少なく、「ひび」「われ」等のない安定性に優れたものであり、塗布時に「清涼感」という新規な使用感を有し、「なめらかなのび」と「塗布中のズルズルしたのび」「スジムラ」がなく、「仕上がった後のべたつき」がなく「さっぱり」とした使用感も優れているという特徴を有するものである。特にメーキャップ化粧料として用いるならば化粧持ちがよくかつ固型状でありながら水相成分として各種保湿剤や薬剤を配合でき、また使用中の感触もなめらかなのび・清

涼感・さっぱりさなどの点で新規なものであった。

さらに優れた安定性から充填される容器形態の範囲を広げることができるという効果も有するものである。以下に実施例を用いて本発明の効果を説明するがそれによって本発明の範囲を限定するものではない。

なお実施例中の％はすべて重量％をあらわす。

実施例1～3および比較例1～3の固型状油中水型乳化化粧料を用いて使用感触の評価を行った。

#### 〔実施例1〕

(1) デカメチルシクロペンタシロキサン	16
(2) ジメチルポリシロキサン (6cps)	10
(3) ポリオキシアルキレン変性 オルガノポリシロキサン	5
(4) パラフィンワックス (165°F)	10
(5) シリコーン処理タルク	16
(6) シリコーン処理球状シリカ粉末	5
(7) ステアリン酸カルシウム処理亜鉛華	3

(8) シリコーン処理二酸化チタン	10
(9) シリコーン処理酸化鉄(黄)	3
(10) シリコーン処理酸化鉄(赤)	1
(11) シリコーン処理酸化鉄(黒)	0.1
(12) イオン交換水	20
(13) グリセリン	5
(14) 防腐剤	適量
(15) 香料	適量

1～4および15を80℃に加熱し溶解後5～11の混合物を加え80℃にてホモジナイザーで分散する。更にあらかじめ80℃に加熱した12～14の混合物を添加し乳化分散する。その後流動性のある状態で中皿に充填し室温まで冷却して目的の固型状油中水型乳化ファンデーションを得た。

#### 〔実施例2〕

(1) デカメチルシクロペンタシロキサン	14
(2) ジメチルポリシロキサン (6cps)	10
(3) ソルビタン脂肪酸エステル	1
(4) ポリオキシアルキレン変性	

オルガノポリシロキサン	2
(5) マイクロクリスタリンワックス (165°F)	5
(6) シリコーン処理マイカ	34.5
(7) 球状ナイロン粉末	10
(8) シリコーン処理二酸化チタン	10
(9) シリコーン処理酸化鉄(黄)	3
(10) シリコーン処理酸化鉄(赤)	1
(11) シリコーン処理酸化鉄(黒)	0.1
(12) イオン交換水	5
(13) グリセリン	3
(14) ヒアルロン酸ナトリウム	0.5
(15) 防腐剤	適量
(16) 香料	適量

1～5および16を80℃に加熱し溶解後6～11を加え80℃にてホモジナイザーで分散す。さらにあらかじめ80℃に加熱した12～15の混合物を添加し乳化する。その後容器に充填し室温まで冷却して目的の固型状油中水型乳化ファンデーションを得た。

## 〔実施例3〕

(1) オクタメチルシクロテトラシロキサン	17
(2) メチルフェニルポリシロキサン	5
(3) ソルビタン脂肪酸エステル	2
(4) ポリオキシアルキレン変性 オルガノポリシロキサン	3
(5) セレシン	8
(6) シリコーン処理二酸化チタン	16
(7) シリコーン処理酸化鉄(黄)	6
(8) シリコーン処理酸化鉄(赤)	2
(9) シリコーン処理酸化鉄(黒)	0.2
(10) 球状セルローズ粉末	15
(11) イオン交換水	20
(12) ジブロピレングリコール	5
(13) 防腐剤	適量
(14) 香料	適量

1～5および14を80℃に加熱し溶解後6～10を加え80℃にてホモジナイザーで分散す。さらにあらかじめ80℃に加熱した11～13の混合物を添加し乳化する。その後容器に充填し室温まで冷

(15) L-グルタミン酸ナトリウム	0.1
(16) イオン交換水	15
(17) 1, 3-ブチレングリコール	3
(18) 防腐剤	適量
(19) 香料	適量

1～7および19を80℃に加熱し溶解後8～14を加え80℃にてホモジナイザーで分散す。さらにあらかじめ80℃に加熱した15～18の混合物を添加し乳化する。その後容器に充填し室温まで冷却して目的の固型状油中水型乳化ファンデーションを得た。

## 〔実施例5〕

(1) デカメチルシクロペンタシロキサン	26
(2) ポリオキシアルキレン変性 オルガノポリシロキサン	3
(3) パラフィンワックス(145°F)	4
(4) シリコーン処理二酸化チタン	15
(5) シリコーン処理酸化鉄(黄)	3
(6) シリコーン処理酸化鉄(赤)	1

却して目的の固型状油中水型乳化ファンデーションを得た。

## 〔実施例4〕

(1) ヘキサメチルジシロキサン	18.5
(2) テトラデカメチルシクロヘプタシ ロキサン	5
(3) シリコーン樹脂	2
(4) ポリグリセリン脂肪酸エステル	1
(5) ポリオキシアルキレン変性 オルガノポリシロキサン	2
(6) マイクロクリスタリンワックス	2
(7) ワセリン	1
(8) シリコーン処理二酸化チタン	15
(9) シリコーン処理酸化鉄(黄)	4.5
(10) シリコーン処理酸化鉄(赤)	1.5
(11) シリコーン処理酸化鉄(黒)	0.1
(12) 球状ナイロン粉末	23
(13) カチオン処理シリカ	3
(14) カチオン処理タルク	3

(7) シリコーン処理酸化鉄(黒)	0.2
(8) 球状セルローズ粉末	3
(9) エタノール	5
(10) イオン交換水	35
(11) ポリエチレングリコール400	5
(12) l-メントール	0.1
(13) カンファー	0.1
(14) 防腐剤	適量
(15) 香料	適量

1～3および12,13,15を80℃に加熱し溶解後4～8を加え80℃にてホモジナイザーで分散す。さらにあらかじめ80℃に加熱した9～11, 14の混合物を添加し乳化する。その後容器に充填し室温まで冷却して目的の固型状油中水型乳化ファンデーションを得た。

## 〔比較例1〕

実施例1のシリコーン処理球状シリカ粉末を通常のシリコーン処理シリカ粉末に置換したもの。

## 〔比較例2〕

実施例2の球状ナイロン粉末を通常のナイロン粉末に置換したもの。

## 〔比較例3〕

実施例3の球状セルローズ粉末を通常のセルローズ粉末に置換したもの。

以下実施例1、2、3、および比較例1、2、3の固型状油中水型乳化化粧料をスポンジで適量とり顔に塗布してその使用感触の評価を行った。その結果を表1に示す。

表1

	なめらかな のび	仕上り後の さっぱりさ	清涼感
実施例1	○	○	○
実施例2	○	○	○
実施例3	○	○	○
比較例1	×	△	○
比較例2	×	×	○
比較例3	×	△	○

パネル 60名

「よい」と答えた人数が 50名以上

○

35～49名

○

21～34名

△

20名以下

×

( 以下余白 )

特許出願人 株式会社 資生堂



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**